

IFW

Docket No. 252187US2/pmh

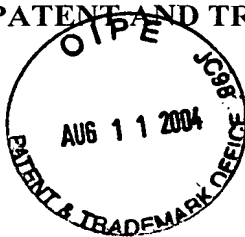
IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Tsutomu IDE, et al.

SERIAL NO: 10/829,283

FILED: April 22, 2004

FOR: MAGNETIC RECORDING MEDIUM



GAU: 1774

EXAMINER:

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number \_\_\_\_\_, filed \_\_\_\_\_, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e):  
Application No. \_\_\_\_\_ Date Filed \_\_\_\_\_

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2003-117216	April 22, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number \_\_\_\_\_  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s) \_\_\_\_\_  
☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Marvin J. Spivak

Registration No. 24,913

Joseph A. Scafetta, Jr.  
Registration No. 26, 803

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

101829,283

BEST AVAILABLE COPY

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年   4 月 2 2 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 1 1 7 2 1 6  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 1 1 7 2 1 6 ]

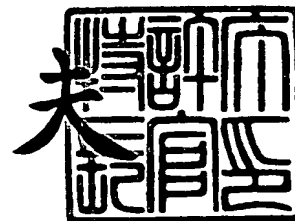
出 願 人            T D K 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 4 年   3 月 1 8 日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT



出 証 番 号    出 証 特 2 0 0 4 - 3 0 2 2 2 8 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 9905077

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/708

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケイ株式会社内

    【氏名】 井出 勉

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケイ株式会社内

    【氏名】 山▲崎▼ 勝彦

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケイ株式会社内

    【氏名】 森田 祐吉

【特許出願人】

    【識別番号】 000003067

    【氏名又は名称】 ティーディーケイ株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100096714

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 本多 一郎

【選任した代理人】

    【識別番号】 100096161

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 本多 敬子

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 026516

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性支持体の一方の面上に、少なくとも非磁性層と磁性層とが順次積層されてなり、該磁性層が磁性粉末、結合剤樹脂および研磨材を含有し、かつ、原子間力顕微鏡を用いて測定された、前記磁性層表面からの前記研磨材の平均突出高さが、7.0～15.0 nmの範囲内であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 MRヘッドを再生ヘッドとする磁気記録システムにおいて用いられる請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 前記磁性層が、前記非磁性層上に、ウェットオンドライ方式にて塗布形成されている請求項 1 または 2 記載の磁気記録媒体。

【請求項 4】 前記磁性層表面の A F M 表面平均粗さ R a が 5 nm 以下である請求項 1～3 のうちいずれか一項記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は磁気記録媒体に関し、詳しくは、MRヘッド対応として適切な研磨能を有する重層磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

磁気記録媒体の研磨能は、その耐久性や信頼性を維持するために、非常に重要な要素の一つである。そのため、磁性層中に含有させる研磨材と研磨能との関係については、従来より様々な検討がなされてきている。

【0003】

磁気記録媒体の研磨能を評価するための基準としては、例えば、センダストバーを用いた研磨試験がよく知られている（特許文献 1 等に記載）。また、特許文献 2 には、高密度記録に適し、かつ耐久性および生産性に優れた磁気記録媒体を得るために、磁性層の膜厚を所定以下とするとともに、磁性層に含有させる研磨

材の硬度および研磨材の磁性層表面からの露呈平均高さと、磁性層表面平均粗さとを、夫々所定範囲に規定する技術が記載されている。さらに、特許文献3には、磁性層表面に存在する研磨材突起を原子間力顕微鏡（A F M ; A t o m i c F o r c e M i c r o s c o p e）を用いて測定し、所定高さ以上の研磨材突起数の割合を所定以下とすることにより、高出力、高密度記録であって走行耐久性に優れた磁気記録媒体を得る技術が記載されている。

#### 【0004】

##### 【特許文献1】

特開平11-86265号公報（特許請求の範囲、[0008]等）

##### 【特許文献2】

特開平11-283237号公報（特許請求の範囲等）

##### 【特許文献3】

特開2002-312920号公報（特許請求の範囲等）

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、重要な要素であるこの研磨能をどのようにコントロールすればよいか、即ち、テープの表面状態をどのような形状とすれば良好な研磨能が得られるかという点については、これまで十分には解明されていなかった。

#### 【0006】

特に、近年では、高記録密度化に対応するためにMRヘッドを採用したシステムが採用され、テープの研磨能をコントロールすることがより重要となってきた。高記録密度化に対応するためには、通常、テープ表面の平坦化、磁性粉末の微粒子化、および、これに伴う磁性塗料分散時の分散メディアの小径化等の観点から磁気記録媒体を設計する必要があるが、これら諸問題とともに、相反する特性である研磨能をコントロールすることが、磁気記録媒体における大きな課題であるといえる。

#### 【0007】

そこで本発明の目的は、いかなる材料や分散方法、塗布方式その他の製造手法に対しても、有効に研磨能をコントロールすることができる技術を確立して、こ

れにより、MRヘッドに十分対応し得る高耐久性および高信頼性を備えた磁気記録媒体を提供することにある。

#### 【0008】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、原子間力顕微鏡（AFM）により測定される磁気記録媒体表面の研磨材の高さを所定範囲に規定することで、磁気記録媒体の材料や製造手法のいかんに関わらず、研磨能を適切にコントロールすることができ、これにより、高耐久性と高信頼性とを兼ね備えた磁気記録媒体が実現できることを見出して、本発明を完成するに至った。

#### 【0009】

即ち、本発明の磁気記録媒体は、非磁性支持体の一方の面上に、少なくとも非磁性層と磁性層とが順次積層されてなり、該磁性層が磁性粉末、結合剤樹脂および研磨材を含有し、かつ、原子間力顕微鏡を用いて測定された、前記磁性層表面からの前記研磨材の平均突出高さが、7.0～15.0nmの範囲内であることを特徴とするものである。

#### 【0010】

本発明は、特に、MRヘッドを再生ヘッドとする磁気記録システムにおいて用いられる場合に効果的であり、また、前記磁性層は、前記非磁性層上に、ウェットオンドライ方式にて塗布形成されていることが好ましい。また、前記磁性層表面のAFM表面平均粗さRaは、5nm以下であることが好ましい。

#### 【0011】

なお、前記特許文献2に記載の技術は単層媒体に係る技術であり、重層媒体に係る本発明とは技術思想を異にする。また、前記特許文献3に記載の技術についても、特に、再生ヘッドとして、高感度であって磁気記録媒体との摺動によりダメージを生じやすいMRヘッドに好適に対応可能な本発明の技術とは技術思想の異なるものである。

#### 【0012】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

本発明の磁気記録媒体は、非磁性支持体の一方の面上に、少なくとも非磁性層と磁性層とが順次積層されてなる重層媒体であり、その磁性層中に含まれる研磨材の表面からの突出状態が、以下に規定する所定の条件を満足する点に特徴がある。

#### 【0013】

具体的には、本発明の磁気記録媒体においては、AFMを用いて測定した際の、磁性層表面からの研磨材の平均突出高さが、7.0～15.0nmの範囲内、好適には8.5～14.0nmの範囲内である。研磨材の平均突出高さが7.0nm未満では、磁気記録媒体の研磨能が小さくなるために耐久性が悪化する。一方、平均突出高さが15.0nmより大きくなると、磁気記録媒体の研磨能が大きくなりすぎて、再生ヘッドを損傷し、耐久性を損なう結果となる。本発明においては、研磨材の平均突出高さを上記のように規定したことにより、損傷を生じやすいMRヘッドを再生ヘッドとする磁気記録システムに対応可能な磁気記録媒体を実現したものである。

#### 【0014】

ここで、磁性層中には少なくとも磁性粉末、結合剤樹脂および研磨材が含まれるため、その表面は、磁性粉末や研磨材が突出した状態となっているものと考えられる。この磁性層表面における磁性粉末および研磨材の存在箇所を特定するためには、AFMと走査型電子顕微鏡（SEM；Scanning Electron Microscope）とを併用して、磁性層表面のAFM像とSEM像とを対比する手法を用いることができる。

#### 【0015】

上記したように、磁性層表面には磁性粉末や研磨材の突出による微細な凹凸が存在するため、研磨剤の突出高さの基準となる磁性層表面は、単純には定まらない。そこで、本発明においては、以下のようにして当該基準となる磁性層表面を定めることとする。

即ち、表面に微細な凹凸を有する磁性層において、非磁性支持体表面と平行な平面の、該非磁性支持体表面からの高さを横軸に取り、前記平面により上記微細な凹凸の凸が切断される際のその断面積の総和  $p$  と前記平面の面積  $q$  との面積比

( $p/q$ ) を縦軸に取った際に、前記高さに対する前記面積比を表す曲線が変曲点を示す高さでの、非磁性支持体表面と平行な平面を基準とする。具体的には、非磁性支持体表面からの高さに対して、上記面積比 ( $p/q$ ) をプロットして、高さごとの水平面内に占める磁性層の割合の変動を表す曲線を描き、この曲線が変曲点を示す高さを基準となる磁性層表面として定めることとした。この手順についても A F M を用いて行うことができ、具体的には、例えば、図 3 に示すような高さ-磁性層占有率曲線が描かれる。図示するように、最低高さ ( $b$ ) では磁性層占有率  $Y = 100$  (%) となり、最大高さ ( $a$ ) では  $Y = 0$  (%) となる。基準面となる高さは図中に矢視で示す変曲点に対応する高さであり、即ち、変曲点での X 軸の値に対応する水平面が基準となる磁性層表面となる。従って、この面を基準として、この面からの研磨材の突出高さを A F M により測定し、その平均値を算出することで、上記平均突出高さを得ることができる。

#### 【0016】

具体的には、上記突出高さは、A F M および S E M の併用により研磨材の存在箇所を特定した後、特定した研磨材の最大高さの位置にて、A F M を用いて当該磁性層表面の断面形状を得ることにより、この断面における磁性層表面高さから研磨材最大高さまでの距離として得られる。なお、上記手順に係るデータ処理は、例えば、Thermo Microscopes 社製 SPMLab NT Ver. 501b11 (データ処理アプリケーション) を用いて行うことができる。

#### 【0017】

本発明に係る研磨材の平均突出高さを実現して、適切に研磨能をコントロールするための手法としては、例えば、磁気記録媒体の製造工程において、磁性層用塗料の作製時における分散を所定条件下で行ったり、磁気記録媒体形成後にその表面を研磨テープやブレードにより研磨して研磨材高さを低減するなどの手法を挙げることができる。これら手法を適宜用いることにより、所望の研磨材高さを得ることができ、研磨能を良好に調整することができる。

#### 【0018】

例えば、塗料の分散条件によりコントロールを行う手法としては、塗料の分散

時に、分散機の回転周速や、分散メディアの材質、粒径等を適宜設定することにより、塗料に含まれる研磨材の分散の度合いを調節する手法を挙げることができ、これにより、塗料中に含まれる研磨材の分散状態を調整して、磁気記録媒体表面の研磨材高さを適度に制御することができる。具体的には、研磨材高さをより低くしたい場合には、より周速を速く、ビーズの比重を重く、ビーズの粒径を小さくする。分散条件としては、例えば、分散機としてピンミルを使用し、周速5～15 m/s程度で、分散媒体として粒径0.05～0.8 mm程度のジルコニアビーズを使用することができる。

#### 【0019】

また、研磨テープを用いた磁性層表面の研磨によりコントロールを行う手法としては、ロール状の磁気記録媒体を切断するに際し、切断してからリールハブに巻き取る間に、一定方向に走行する研磨テープを磁気記録媒体表面に押し当てて、研磨を行う手法を用いることができる（切断ラッピング）。この場合、研磨テープの材質や押し込み量等を適宜変えることにより、磁気記録媒体表面の研磨材高さを適度に調整することができる。具体的には、研磨材高さをより低くしたい場合には、研磨テープの材質としてより硬いものを使用し、押し込み量を大きくする。研磨テープによる表面研磨を用いた場合、研磨材の高さの高いものから低いものまで、比較的一様に高さが低減する傾向にある。研磨条件としては、例えば、研磨粒子としてアルミナを用いた5000～10000メッシュ程度の材質の研磨テープを使用することができる。押し込み量は、例えば、5～40 mmとすることができる。

#### 【0020】

さらに、ブレードを用いた磁性層表面の研磨（ブレード研磨）によりコントロールを行う手法としては、リールハブに巻き回された磁気記録媒体をガイドロールに沿って走行させ、別のリールハブに巻き直しする際に、走行する磁気記録媒体表面にブレードを押し当てて、表面を研磨する手法を用いることができる。これにより、ブレードを表面に押し当てる程度を変えることで、磁気記録媒体表面の研磨材高さを適度に調整することができる。具体的には、研磨材高さをより低くしたい場合には、より大きく表面に押し当てる。ブレードとしては、例えば、

三角柱形状のサファイアを用いることができ、三角柱の長辺を磁気記録媒体に対して垂直に、0.5～3mm程度にて押し込むことで、研磨を行うことができる。ブレードによる表面研磨を行った場合、研磨材高さの高いものが比較的優先的に低くなる傾向にある。

#### 【0021】

このように、磁性層表面の研磨による研磨能のコントロール方法としては、上記切断ラッピングおよびブレード研磨の2つの手法が挙げられるが、これらはいずれかを単独で用いても、また双方を併用してもよい。切断ラッピングを用いた場合、切断時に、磁気記録媒体の原反ロールと同程度の幅の研磨テープを用いることで、切断しながらすべての磁気テープを同時に研磨できる利点がある。もちろん、切断後の個々の磁気テープの研磨に使用することも可能である。また、ブレード研磨の手法では、通常、サファイア製の長さ3cm程度の三角柱形状のブレードを使用するため、主として切断後の磁気テープの研磨に好適に適用することができる。なお、塗料の分散条件によるコントロール方法についても、適宜組み合わせ用いることができることは言うまでもない。

#### 【0022】

また、本発明においては、磁性層表面のAFM表面平均粗さ $R_a$ が、5nm以下、特には1.5～4.5nmであることが好ましい。表面平均粗さ $R_a$ を5nm以下とすることで、より良好に本発明の効果を得ることができる。表面平均粗さが1.5nm未満であると、摩擦が上昇して走行状態が不安定となる傾向がある一方、4.5nmを超えると、スペーシングロスにより出力が低下し、エラーが悪化する傾向がある。

#### 【0023】

本発明の磁気記録媒体においては、研磨材の平均突出高さが上記範囲を満足するものであれば、磁性層や非磁性支持体等の材料や構成、塗布方法等の具体的な形成条件については特に制限されるものではない。例えば、以下のような構成とすることができる。

#### 【0024】

磁性層に用いる磁性粉末としては、好ましくは平均長軸長が0.15 $\mu$ m以下

、より好ましくは $0.03 \sim 0.10 \mu\text{m}$ の針状強磁性金属粉末である。平均長軸長が $0.15 \mu\text{m}$ を超えると、磁気記録媒体に要求される電磁変換特性（特に、S/NおよびC/N特性）を十分に満足することができなくなる傾向にある。また、バリウムフェライト等の六方晶形酸化鉄粉末を用いることもできる。六方晶形酸化鉄粉末の板状比は $2 \sim 7$ が好ましい。また、TEM観察による平均一次板径が $10 \sim 50 \text{nm}$ であることが好ましい。大きいと、磁性層表面が悪化する傾向にある。

#### 【0025】

このような磁性粉末は、磁性層組成中に $65 \sim 90$ 質量%程度含まれていればよい。磁性粉末の含有量が多すぎると結合剤樹脂の含有量が減少するためカレンダー加工による表面平滑性が悪化しやすくなり、一方、少なすぎると高い再生出力が得られにくくなる。

#### 【0026】

磁性層用の結合剤樹脂としては、熱可塑性樹脂、熱硬化型樹脂、放射線硬化型樹脂やこれらの混合物を好適に使用することができ、特に制限されるべきものではない。これらの結合剤樹脂の含有量は、磁性粉末 $100$ 質量部に対して $5 \sim 40$ 質量部、特には $10 \sim 30$ 質量部とすることが好ましい。結合剤樹脂の含有量が少なすぎると磁性層の強度が低下するので、走行耐久性が悪化しやすくなる。一方、多すぎると強磁性金属粉末の含有量が低下するので、電磁変換特性が低下してくる。

#### 【0027】

これらの結合剤樹脂を硬化させる架橋剤としては、例えば、熱硬化型樹脂の場合は、既知の各種ポリイソシアナートを挙げることができ、この架橋剤の含有量は、結合剤樹脂 $100$ 質量部に対し、 $10 \sim 30$ 質量部とすることが好ましい。また、磁性層には、少なくとも磁性粉末、結合剤樹脂および研磨材を含有させるが、必要に応じて、界面活性剤等の分散剤、高級脂肪酸その他の各種添加物を添加してもよい。

#### 【0028】

また、磁性層に用いる研磨材としては、例えば、 $\alpha$ -アルミナ（モース硬度 $9$

)、酸化クロム (モース硬度 9)、炭化珪素 (モース硬度 9.5)、酸化珪素 (モース硬度 7)、窒化アルミニウム (モース硬度 9)、窒化ホウ素 (モース硬度 9.5) 等の、モース硬度 6 以上の研磨材を好適に用いることができる。中でも特に、モース硬度 9 以上の研磨材を少なくとも 1 種含有させることが好適である。また、研磨材として、平均粒径の異なる 2 種以上のものを併用した場合には、出力変動の低下や耐久走行性のさらなる向上を図ることができる。

#### 【0029】

研磨材の平均粒径は、磁性層の膜厚よりも小さいことが好ましく、通常  $0.01 \sim 0.2 \mu\text{m}$ 、好適には  $0.05 \sim 0.2 \mu\text{m}$  程度である。平均粒径が大きすぎると、磁性層表面からの突出量が大きくなりやすく、電磁変換特性の低下やドロップアウトの増加、ヘッド摩耗量の増大等を招く傾向がある。一方、平均粒径が小さすぎると、磁性層表面からの突出量が小さくなりやすく、ヘッド目詰まりの防止効果が不十分となる。なお、平均粒径は、一般に、透過型電子顕微鏡により測定することができる。かかる研磨材の含有量は、磁性粉末 100 質量部に対し、通常 3 ~ 25 質量部、好ましくは 5 ~ 20 質量部であり、例えば、平均粒径  $0.2 \mu\text{m}$  以下のアルミナの場合には、磁性粉末 100 質量部に対して 5 ~ 20 質量部とすることが好ましい。この範囲であると、表面研磨等の処理により、研磨材の高さを調整することが容易となる。

#### 【0030】

磁性層形成用の塗料は、上記成分に有機溶剤を加えることにより調製される。用いる有機溶剤は特に制限はなく、メチルエチルケトン (MEK)、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系溶剤やトルエン等の芳香族系溶剤などの各種溶剤の 1 種または 2 種以上を、適宜選択して用いればよい。有機溶剤の添加量は、固形分 (磁性粉末や各種無機粒子等) と結合剤樹脂との合計量 100 質量部に対して 100 ~ 1100 質量部程度とすればよい。

#### 【0031】

本発明における磁性層の厚みは通常  $0.50 \mu\text{m}$  以下、好ましくは  $0.01 \sim 0.50 \mu\text{m}$  であり、より好ましくは  $0.02 \sim 0.30 \mu\text{m}$  である。磁性層が厚すぎると、自己減磁損失や厚み損失が大きくなる。一方、薄すぎると、塗膜の

強度が低下する傾向がある。

#### 【0032】

磁性層は、非磁性支持体の一方の面上に、非磁性層上に積層して形成されるが、その塗布に際しては、下層である非磁性層が均一に塗布形成、乾燥された後に上層である磁性層を塗布するウェットオンドライ (W/D) 方式を用いることが好適である。ウェットオンウェット (W/W) 方式にて塗布する場合、塗布時に磁性層中の固形分が塗膜内に埋もれやすいことから、磁性層の研磨材としては粒径の大きなものを用いることが必要となり、MRヘッドに損傷を生じやすい。一方、W/Dでは、粒径の小さな研磨材を用いることができるので、MRヘッドに与える衝撃を緩和することができる。また、磁性層の塗布厚みの均一性を高めることができるので、磁性層の塗膜における研磨材の表面への出方を均一化することができ、研磨能や耐傷強度のバラツキを適切に防止することができる。

#### 【0033】

非磁性支持体としては、ポリエステル、ポリアミドまたは芳香族ポリアミドなどの既知の樹脂フィルムもしくはこれらの積層樹脂フィルムから適宜選定することができる。また、その厚み等についても既知の範囲内であり、特に制限されるべきものではない。

#### 【0034】

非磁性層は、主として非磁性粉末と結合剤樹脂とにより構成され、非磁性支持体上に設けられる。非磁性粉末としては、各種無機質粉末を用いることができ、好ましくは、針状非磁性粉末、例えば、針状の非磁性酸化鉄 ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) などを挙げるすることができる。その他、炭酸カルシウム ( $\text{CaCO}_3$ )、酸化チタン ( $\text{TiO}_2$ )、硫酸バリウム ( $\text{BaSO}_4$ )、 $\alpha$ -アルミナ ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) 等の各種非磁性粉末を適宜配合してもよい。また、非磁性層にはカーボンブラックを用いることが好ましい。かかるカーボンブラックとしては、ゴム用ファーネスブラック、ゴム用サーマルブラック、カラー用ブラック、アセチレンブラック等を挙げるができる。

#### 【0035】

カーボンブラックと無機質粉末の配合比率は、質量比で100/0～10/9

0 とすることが好ましい。無機質粉末の配合比率が 9 0 を上回ると、表面電気抵抗の点で問題が生じやすくなる。

#### 【0 0 3 6】

非磁性層用の結合剤樹脂としては、磁性層と同様に、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、放射線硬化型樹脂やこれらの混合物等を適宜用いることができ、特に制限はされない。ここで、結合剤樹脂として E B（電子線）硬化樹脂を用いる場合には、形成した塗膜を硬化させる際の E B 照射量を、例えば、3. 5 ～ 6. 0 M r a d 程度に抑えることが好ましい。これにより、磁気テープのステイフネスを抑えて、MR ヘッドに柔らかく当たるようにすることができるため、MR ヘッドの摩耗防止効果を向上することができる。

#### 【0 0 3 7】

また、非磁性層中には、さらに、所望に応じて、界面活性剤等の分散剤、その他の各種添加物を添加してもよい。非磁性層用の塗料は、上記磁性層と同様の有機溶剤を同程度の添加量にて用いて作製することができる。

#### 【0 0 3 8】

非磁性層の厚みは、好ましくは 2. 5  $\mu$  m 以下、より好ましくは 0. 1 ～ 2. 3  $\mu$  m である。この厚みを 2. 5  $\mu$  m より厚くしても性能の向上は望めず、却って、塗膜を設ける際に厚みが不均一になり易く、塗布条件が厳しくなり、表面平滑性も悪くなりがちになる。また、0. 1  $\mu$  m よりも薄いと、非磁性支持体の凹凸を平滑化することが難しく、さらに、磁性層に潤滑剤を供給する量が減少して、耐久性が悪化する。

#### 【0 0 3 9】

バックコート層は、走行安定性の改善や磁性層の帯電防止等のために、非磁性支持体の非磁性層および磁性層を形成した面とは反対側の面上に、必要に応じて設けることができる。バックコート層には、3 0 ～ 8 0 質量%のカーボンブラックを含有させることが好ましく、かかるカーボンブラックとしては通常使用されるものであればどのようなものであってもよく、上述の非磁性層に用いるものと同様のものを用いることができる。また、カーボンブラック以外に、必要に応じて、磁性層に用いた各種研磨材等の非磁性無機粉末や、界面活性剤等の分散剤、高

級脂肪酸、脂肪酸エステル、シリコンオイル等の潤滑剤、その他の各種添加物を添加してもよい。

#### 【0040】

バックコート層の厚み（カレンダー加工後）は、 $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 、好ましくは  $0.2 \sim 0.8 \mu\text{m}$  である。この厚さが  $1.0 \mu\text{m}$  を超えると、媒体摺接経路との間の摩擦が大きくなりすぎて、走行安定性が低下する傾向にある。一方、 $0.1 \mu\text{m}$  未満では、磁気記録媒体の走行時にバックコート層の塗膜削れが発生しやすい。

#### 【0041】

##### 【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

##### 実施例 1

以下に示すようにして、非磁性層用塗料、磁性層用塗料およびバックコート層用塗料を夫々作製した。なお、以下において、組成の数値「部」とは、「質量部」を表す。

#### 【0042】

##### <非磁性層組成>

針状  $\alpha\text{-FeOOH}$  80.0部

（平均長軸長： $0.1 \mu\text{m}$ 、結晶子径： $12 \text{ nm}$ ）

カーボンブラック 20.0部

（三菱化学（株）製 #950B、平均粒径： $17 \text{ nm}$ 、BET比表面積： $250 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量： $70 \text{ ml}/100 \text{ g}$ 、pH：8）

塩化ビニル系樹脂 11.0部

（東洋紡績（株）製 TB-0246、（固形分）塩化ビニルーエポキシ含有モノマー共重合体、平均重合度：310、過硫酸カリ使用S含有量：0.6%（質量百分率）、2-イソシアネートエチルメタクリレート（MOI）を使用して日本ゼオン（株）製 MR110をアクリル変性したもの、アクリル含有量：6モル/1モル）

ポリウレタン樹脂 9.0部

(東洋紡績(株)製 TB-0216、(固形分)ヒドロキシ含有アクリル化合物-ホスホン酸基含有リン化合物-ヒドロキシ含有ポリエステルポリオール、平均分子量:13000、P含有量:0.2%(質量百分率)、アクリル含有量:8モル/1モル)

分散剤

(東邦化学工業(株)製、RE610) 1.2部

(フェニルホスホン酸) 2.0部

研磨材 5.0部

(住友化学工業(株)製 HIT60A、 $\alpha$ -アルミナ、平均粒径:0.22 $\mu$ m)

MEK/トルエン/シクロヘキサン=2/2/1(質量比)

【0043】

上記の材料をニーダーを用いて混練した後、粒径0.8mmのジルコニアビーズを充填率80%(空隙率50容積%)で充填した横型のピンミルにて、分散周速7.0m/sで分散を行い、固形分濃度(NV)33%(質量百分率)の混合液を得た。

【0044】

上記混合液に、下記潤滑剤および溶剤を添加して、NVが25%(質量百分率)となるようさらに分散を行った。

潤滑剤

(日本油脂(株)製 NAA180、脂肪酸) 0.5部

(花王(株)製 脂肪酸アマイドS、脂肪酸アマイド) 0.5部

(日光ケミカルズ(株)製 NIKKOLBS、脂肪酸エステル) 1.0部

MEK/トルエン/シクロヘキサン=1/1/3(質量比)

【0045】

上記混合物を、さらに、平均孔径0.5 $\mu$ mのフィルターで濾過して、非磁性層用塗料を作製した。

【0046】

<磁性層組成>

Fe 系針状磁性粉末 100 部  
(Fe/Co/Al/Y=100/24/5/8 (原子比)、Hc:194 kA/m、 $\sigma_s$ :140 Am<sup>2</sup>/kg、BET 比表面積:56 m<sup>2</sup>/g、平均長軸長=0.075  $\mu$ m)

塩化ビニル系樹脂 14.0 部  
(日本ゼオン (株) 製 MR110、塩化ビニル共重合体)

ポリウレタン 2.0 部  
(東洋紡績 (株) 製 UR8700、ポリエステルポリウレタン)

分散剤 3.0 部  
(東邦化学工業 (株) 製 RE610)

研磨材  
(住友化学工業 (株) 製 HIT82、 $\alpha$ -アルミナ、平均粒径:0.12  $\mu$ m)  
7.0 部

(住友化学工業 (株) 製 HIT60A、 $\alpha$ -アルミナ、平均粒径:0.18  $\mu$ m)  
3.0 部

潤滑剤  
(日本油脂 (株) 製 NAA180、脂肪酸) 1.2 部

(日光ケミカルズ (株) 製 NIKKOLBS、脂肪酸エステル) 1.0 部  
MEK/トルエン/シクロヘキサノン=1/1/1 (質量比)

#### 【0047】

上記の材料をニーダーを用いて混練した後、粒径 0.8 mm のジルコニアビーズを充填率 80% (空隙率 50 容積%) で充填した横型のピンミルにて、分散周速 5.4 m/s で分散を行い、固形分濃度 (NV) 30% (質量百分率) の混合液を得た。

#### 【0048】

上記混合液に、下記溶剤を添加して、NV が 16% (質量百分率) となるようさらに分散を行った。

MEK/トルエン/シクロヘキサノン=1/1/3 (質量比)

#### 【0049】

上記混合液に下記硬化剤を添加混合し、さらに、平均孔径  $0.5 \mu\text{m}$  のフィルターで濾過して、磁性層用塗料を作製した。

硬化剤 10部

(日本ポリウレタン工業(株)製 コロネートL)

### 【0050】

<バックコート層組成>

カーボンブラック

(キャボット社製 BP-800、平均粒径:  $17 \text{ nm}$ 、DBP吸油量:  $68 \text{ c}$   
 $\text{c}/100 \text{ g}$ 、BET比表面積:  $210 \text{ m}^2/\text{g}$ ) 75部

(キャボット社製 BP-130、平均粒径:  $75 \text{ nm}$ 、DBP吸油量:  $69 \text{ c}$   
 $\text{c}/100 \text{ g}$ 、BET比表面積:  $25 \text{ m}^2/\text{g}$ ) 10部

炭酸カルシウム 15部

(白石工業(株)製 白艶華O、平均粒径:  $30 \text{ nm}$ )

ニトロセルロース 65部

(旭化成工業(株)製 BTH1/2)

ポリウレタン樹脂 35部

(脂肪族ポリエステルジオール/芳香族ポリエステルジオール =  $43/53$ )

MEK/トルエン/シクロヘキサノン =  $1/1/1$  (質量比)

### 【0051】

上記の材料をニーダーを用いて混練した後、粒径  $0.8 \text{ mm}$  のジルコニアビーズを充填率  $80\%$  (空隙率  $50$  容積%) で充填した横型のピンミルにて、分散周速  $5.4 \text{ m/s}$  で分散を行い、固形分濃度 (NV)  $30\%$  (質量百分率) の混合液を得た。

### 【0052】

上記混合液に、下記溶剤を添加して、NVが $12\%$  (質量百分率) となるようにさらに分散を行った。

MEK/トルエン/シクロヘキサノン =  $5/4/1$  (質量比)

### 【0053】

上記混合液に下記硬化剤を添加混合し、さらに、平均孔径  $0.5 \mu\text{m}$  のフィル

ターで濾過して、バックコート層用塗料を作製した。

硬化剤

5 部

(日本ポリウレタン工業 (株) 製 コロネート L)

#### 【0054】

上記のようにして得られた非磁性層用塗料、磁性層用塗料およびバックコート層用塗料を用いて、下記の要領で磁気記録媒体のサンプルを作製した。

#### <塗布工程>

6.  $2\mu\text{m}$ 厚のポリエチレンテレフタレート (PET) 支持体の一方の面上に、カレンダー加工後の厚みが  $2.0\mu\text{m}$  になるように、非磁性層をノズルで塗布して、乾燥させた。その後、プラスチックロールと金属ロールとの組合わせで、ニップ数 4 回、加工温度  $100^{\circ}\text{C}$ 、線圧  $3500\text{N}/\text{cm}$ 、速度  $150\text{m}/\text{分}$  の条件でカレンダー加工を行い、さらに、 $4.5\text{Mrad}$  で電子線照射を行って、非磁性層を形成した。

#### 【0055】

上記のようにして形成された非磁性層上に、カレンダー加工後の厚みが  $0.15\mu\text{m}$  になるように、磁性層をノズルで塗布して、配向、乾燥させた。その後、プラスチックロールと金属ロールとの組合わせで、ニップ数 6 回、加工温度  $100^{\circ}\text{C}$ 、線圧  $3500\text{N}/\text{cm}$ 、速度  $150\text{m}/\text{分}$  の条件でカレンダー加工を行い、磁性層を形成した。

#### 【0056】

次いで、PET 支持体の、非磁性層および磁性層とは反対側の面上に、カレンダー加工後の厚みが  $0.7\mu\text{m}$  になるように、バックコート層をノズルで塗布して、乾燥させた。その後、プラスチックロールと金属ロールとの組合わせで、ニップ数 4 回、加工温度  $80^{\circ}\text{C}$ 、線圧  $3500\text{N}/\text{cm}$ 、速度  $150\text{m}/\text{分}$  の条件でカレンダー加工を行って、バックコート層を形成した。

#### 【0057】

上記のようにして作製した磁気記録媒体原反を、 $60^{\circ}\text{C}$  で 48 時間、熱硬化させた。硬化後の磁気記録媒体原反を 1/2 幅に切断し、切断後の磁気記録媒体の磁性層表面をブレードにより研磨して (ブレード研磨)、実施例 1 の磁気テープ

サンプルを得た。ブレード研磨の研磨条件は以下の通りである（実施例 2 を除き、以下の実施例および比較例において同様）。

＜ブレード研磨の研磨条件＞

リールハブに巻き回された磁気記録媒体をガイドロールに沿って走行させ、別のリールハブに巻き直しする際に、走行する磁気記録媒体表面にブレード（材質：サファイア、形状：三角柱）を押し込み量（突き出し量）1 mm にて押し当てて、表面を研磨した。

【0 0 5 8】

実施例 2

ブレード研磨の研磨条件として、ブレードの押し込み量を 0.5 mm とした以外は実施例 1 と同様にして、実施例 2 の磁気テープサンプルを得た。

【0 0 5 9】

実施例 3

硬化後の磁気記録媒体原反の 1 / 2 幅切断時に、研磨テープにより磁性層表面を研磨し（切断ラッピング）、その後さらに、ブレード研磨を行った以外は実施例 1 と同様にして、実施例 3 の磁気テープサンプルを得た。切断ラッピングの研磨条件は以下の通りである（以下の実施例および比較例において同様）。

＜切断ラッピングによる研磨条件＞

磁気記録媒体を切断してからリールハブに巻き取る間に、送り量 1 0 0 mm / min にて一定方向に走行させた研磨テープ（材質：酸化アルミニウム、8 0 0 0 メッシュ、商品名：WA # 8 0 0 0、（株）フジミインコーポレイテッド製）を、押し込み量（突き出し量）2 5 mm にて磁気記録媒体表面に押し当てて、研磨を行った。

【0 0 6 0】

実施例 4

硬化後の磁気記録媒体原反の 1 / 2 幅切断時に、実施例 3 と同様の研磨条件にて、研磨テープにより磁性層表面を研磨し、その後のブレード研磨を行わなかった以外は実施例 1 と同様にして、実施例 4 の磁気テープサンプルを得た。

【0 0 6 1】

実施例 5 ～ 8

磁性層組成における研磨材の添加量を下記表 1 中に示すように変え、さらに、硬化後の磁気記録媒体原反の研磨条件を、同表 1 中に示すように変えた以外は実施例 1 と同様にして、実施例 5 ～ 8 の磁気テープサンプルを得た。

【0062】

比較例 1

磁性層組成における研磨材の添加量を下記表 1 中に示すように変え、さらに、硬化後の磁気記録媒体原反の研磨を行わなかった以外は実施例 1 と同様にして、比較例 1 の磁気テープサンプルを得た。

【0063】

実施例 9

研磨材の添加量を下記表 1 中に示すように変えて作製した磁性層用塗料を、非磁性層の塗布後、乾燥前に非磁性層上に塗布し、さらに、硬化後の磁気記録媒体原反の研磨条件を、同表 1 中に示すように変えた以外は実施例 1 と同様にして、実施例 9 の磁気テープサンプルを得た。

【0064】

実施例 10

磁性層用塗料作製時のピンミルにおける分散周速を下記表 1 中に示すように変えた以外は実施例 3 と同様にして、実施例 10 の磁気テープサンプルを得た。

【0065】

実施例 11

磁性層用塗料作製時のピンミルにおける分散メディア（ジルコニアビーズ）径を下記表 1 中に示すように変えた以外は実施例 10 と同様にして、実施例 11 の磁気テープサンプルを得た。

【0066】

比較例 2

磁性層用塗料作製時のピンミルにおける分散メディア（ジルコニアビーズ）径および分散周速を下記表 1 中に示すように変えた以外は実施例 10 と同様にして、比較例 2 の磁気テープサンプルを得た。

## 【0067】

<AFMによる研磨材平均高さ測定>

実施例および比較例の磁気テープサンプルにつき、AFMとSEMを用いて、研磨材の平均突出高さを測定した。AFMとしては、Thermo Microscopes社製 Auto Probe M5を用い、下記の走査条件にて測定を行った。また、SEMとしては日本電子データム（株）製 JEOL JSM-6340Fを用いた。

分析回数；N=3

探針；シリコン単結晶プローブ（曲率半径2 nm、ナノセンサーズ社製）

走査モード；ノンコンタクトモード

走査面積（scan area）； $3 \times 3 \mu\text{m}$

（「平面の面積q」に対応する）

画素数； $128 \times 128$ データポイント

走査速度（scan rate）；0.6 Hz

測定環境；室温、大気中

イメージデータの傾き、湾曲補正；イメージ全体のデータに対して、縦横両方向の傾き補正を行った（2D補正）。（手順（入力コマンド）：Process/Leveling/Auto Leveling/2D）

## 【0068】

具体的な手順としては、まず、各磁気記録媒体サンプルの磁性層上の任意の部位につき、AFMとおよびSEMにて夫々1回のスキャンを行い、得られたAFM像とSEM像との対比より、研磨材の存在箇所を特定した。その後、AFMで当該磁性層表面の断面形状を磁気記録媒体の幅方向にて得て、この断面上において、基準となる磁性層表面からの研磨材の突出高さを、計3点の研磨材につき求めた。この際の基準となる磁性層表面は、AFM測定より得られた磁性層における高さ－磁性層占有率曲線から、その変曲点を示す高さに対応する水平面に定めた。

## 【0069】

上記手順を各磁気記録媒体サンプルの他2箇所の部位につき繰り返して、夫々

3箇所の部位ごとに3点の研磨材、即ち、計9点の研磨材の突出高さの測定値を得た。この測定値を平均することにより、平均突出高さを求めた。なお、上記各測定値のデータ処理には、データ処理アプリケーションとして、Thermo Microscopes社製 SPMLab NT Ver. 501b11を用いた。

#### 【0070】

##### <摩耗量測定方法>

各磁気テープサンプルのセンダスト摩耗量を、図2（イ）に示す装置にて測定した。図示する装置には、長さ25mm、断面6.0mm平方のセンダストバー（トーキン（株）製 Fe-Si-Al合金、商品名：ブロック、材質：SD-5）が、角部が鉛直方向を向くよう固定具12により装置本体13に固定されている。なお、測定においては、センダストバー11として、角部に摩耗がなく、1μm以上のチップや欠けがないものを用いた。

#### 【0071】

このセンダストバー11の角部に対し、片側のテープラップ $\theta$ を12°として、テープ張力1.0Nにて各サンプルテープを押し当てた状態でテープを走行させ、図2（ロ）に示すように、走行後のセンダストバー11の摩耗パターン（幅）により摩耗量を評価した。各サンプルテープ長は580mとし、テープ速度3.0m/sにて100パス（50サイクル）の走行を行った。摩耗パターンの測定は、図2（ロ）に示すテープ幅方向1/4、1/2、3/4の計3点において行い、これらの平均値より、各サンプルテープの摩耗量を得た。

#### 【0072】

##### <耐久性評価方法>

45℃ 20%の環境下において、Ultrium1用、Seagate製 Viper 200を用いて評価を行った。評価の手順としては、100Mbyteの記録後に、先頭より20MB送った位置で30MB分を99往復させ、先頭に巻き戻して100MBを1回再生する読み込みサイクルを250サイクル行い、そのときのC1エラーレートを測定した。

測定：100MB書き込み&巻き戻し→（20MB送り→（30MB×99往復

) → 100MB読み込み&巻き戻し) × 250サイクル

判断基準は、以下のとおりである。

◎：エラーレートの変化もなく、250サイクル走行。

○：若干のエラーレートの増加が見られるが250サイクル走行。

×：エラー上昇により250サイクル走行せずに停止。

これらの結果を下記表1中および図1に示す。

【0073】

【表1】

	磁性層研磨材種 (重量部)		分散条件		塗布方式	研磨条件		研磨材平均高さ (nm)	摩耗量 (μm)	耐久性
	HIT82	HIT60A	メディア径 (mm)	周速 (m/s)		切断ラッピング	フレード			
実施例1	7	3	0.8	5.4	W/D	無	有	14.1	39.9	◎
実施例2	7	3	0.8	5.4	W/D	無	有	15.0	44.6	○
実施例3	7	3	0.8	5.4	W/D	有	有	11.4	25.7	◎
実施例4	7	3	0.8	5.4	W/D	有	無	12.3	26.8	◎
実施例5	3	7	0.8	5.4	W/D	有	有	8.5	25.0	◎
実施例6	3	7	0.8	5.4	W/D	有	無	11.1	30.7	◎
実施例7	0	10	0.8	5.4	W/D	有	有	11.9	28.7	◎
実施例8	0	10	0.8	5.4	W/D	有	無	12.4	33.7	◎
比較例1	0	10	0.8	5.4	W/D	無	無	16.9	50.0	×
実施例9	0	15	0.8	5.4	W/W	有	有	13.4	35.0	◎
実施例10	7	3	0.8	7	W/D	有	有	9.9	29.8	◎
実施例11	7	3	0.3	7	W/D	有	有	7.0	22.1	○
比較例2	7	3	0.1	10	W/D	有	有	5.0	10.4	×

【0074】

【発明の効果】

以上説明してきたように、本発明によれば、いかなる材料や分散方法、塗布方式その他の製造手法に対しても、研磨能を適切にコントロールすることができ、

これにより、MRヘッドに十分対応し得る高耐久性および高信頼性を備えた磁気記録媒体を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

実施例における研磨材平均高さとの関係を示すグラフである。

【図 2】

(イ) はセンダスト摩耗量の測定装置を示す断面図であり、(ロ) はセンダストバーの摩耗量の評価方法を示す説明図である。

【図 3】

基準となる磁性層表面の規定方法に係る、非磁性支持体表面からの高さを横軸に、これに対応する磁性層占有率を縦軸に取ったグラフである。

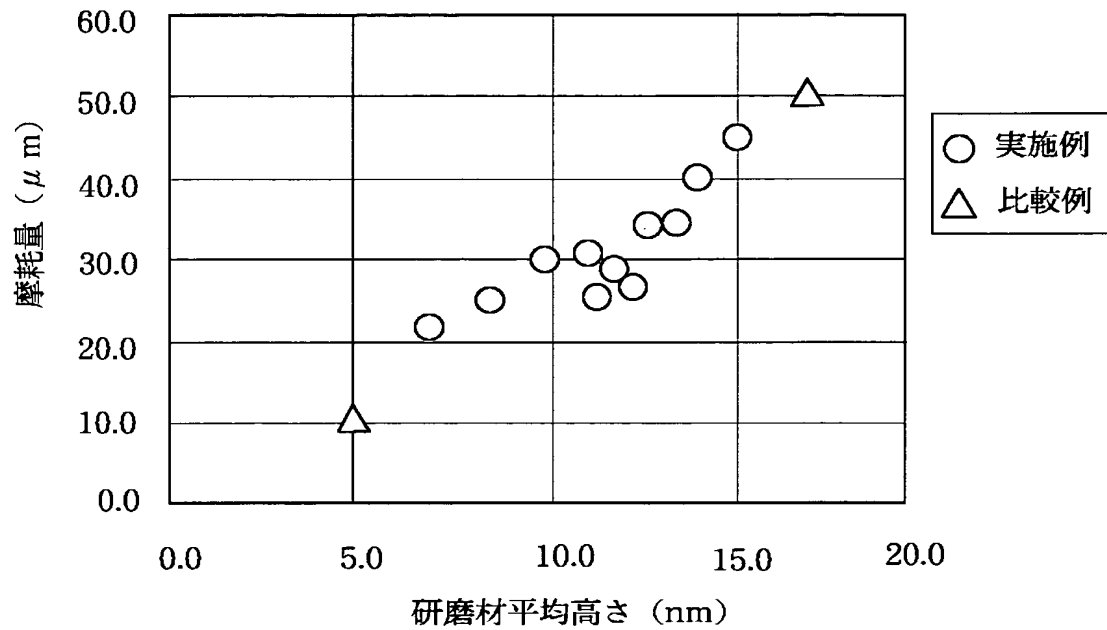
【符号の説明】

- 1 1 センダストバー
- 1 2 固定具
- 1 3 装置本体

【書類名】

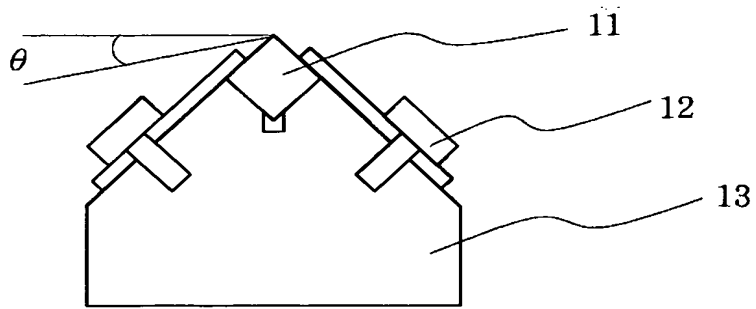
図面

【図 1】

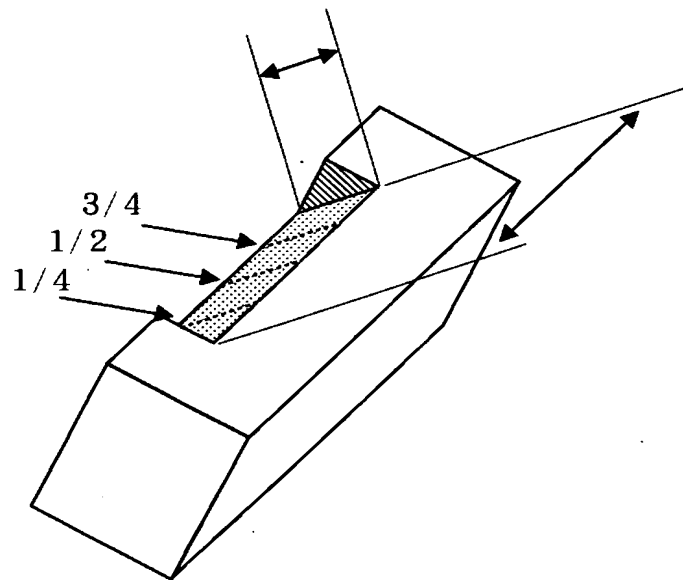


【図 2】

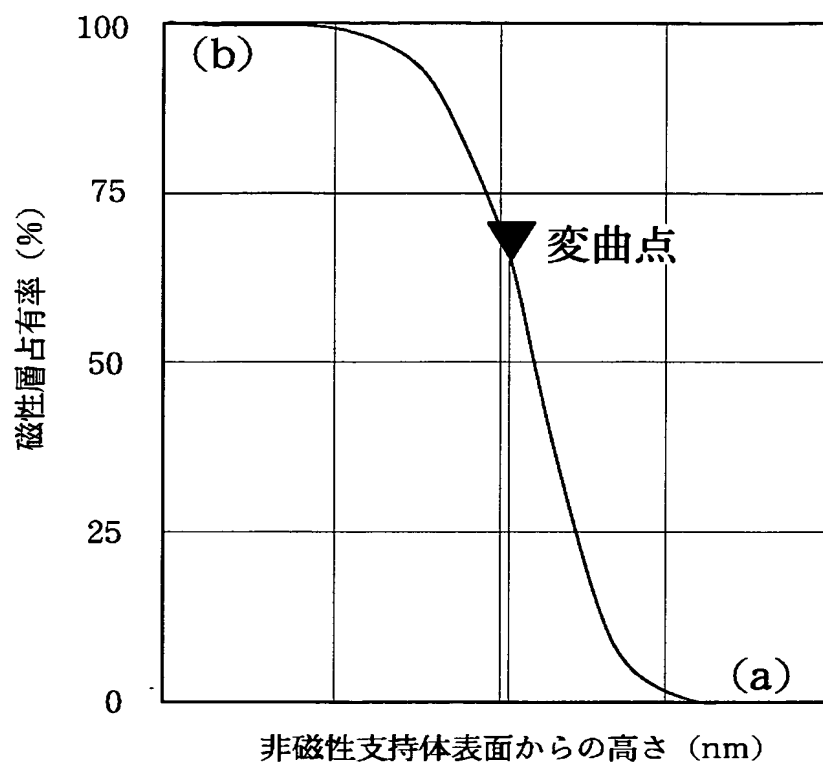
(イ)



(ロ)



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 いかなる材料や分散方法、塗布方式その他の製造手法に対しても、有効に研磨能をコントロールすることができ、これにより、MRヘッドに十分対応し得る高耐久性および高信頼性を備えた磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 非磁性支持体の一方の面上に、少なくとも非磁性層と磁性層とが順次積層されてなり、磁性層が磁性粉末、結合剤樹脂および研磨材を含有し、かつ、原子間力顕微鏡を用いて測定された、磁性層表面からの研磨材の平均突出高さが、7.0～15.0 nmの範囲内である磁気記録媒体である。好適には、MRヘッドを再生ヘッドとする磁気記録システムにおいて用いられる。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 1 1 7 2 1 6
受付番号	5 0 3 0 0 6 6 8 5 0 5
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0 0 9 7
作成日	平成 1 5 年 4 月 2 3 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成15年 4月22日

次頁無

特願 2 0 0 3 - 1 1 7 2 1 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 3 0 6 7 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 3 0 日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都中央区日本橋 1 丁目 1 3 番 1 号  
氏 名 ティーディーケイ株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 6 月 2 7 日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 東京都中央区日本橋 1 丁目 1 3 番 1 号  
氏 名 T D K 株式会社